

Air dan air limbah – Bagian 59: Metoda pengambilan contoh air limbah



© BSN 2008

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Mangala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif	1
3 Istilah dan definisi.....	1
4 Peralatan	3
4.1 Alat pengambil contoh	3
4.2 Alat pengukur parameter lapangan	4
4.3 Alat pendingin	5
4.4 Alat ekstraksi (corong pemisah)	5
4.5 Alat penyaring	5
5 Bahan	5
6 Wadah contoh.....	5
6.1 Persyaratan wadah contoh	5
6.2 Persiapan wadah contoh	5
6.3 Pencucian wadah contoh.....	7
6.4 Volume contoh.....	7
7 Tipe contoh.....	7
8 Lokasi dan titik pengambilan contoh.....	7
9 Cara pengambilan contoh.....	10
10 Pengujian parameter lapangan.....	13
11 Penyaringan contoh.....	13
12 Pengawetan contoh.....	13
13 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	13
13.1 Jaminan mutu	13
13.2 Pengendalian mutu.....	13
Lampiran A (normatif) Pelaporan.....	15
Lampiran B (normatif) Tabel cara pengawetan dan penyimpanan contoh air limbah.....	16
Bibliografi	19

Prakata

Dalam rangka menyeragamkan teknik pengambilan contoh air limbah sebagaimana telah ditetapkan dalam Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 02 Tahun 1988 tentang Baku Mutu Air dan Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 37 Tahun 2003 tentang *Metoda Analisis Kualitas Air Permukaan dan Pengambilan Contoh Air Permukaan*, maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia (SNI) tentang *Air dan air limbah – Bagian 59: Metode pengambilan contoh air limbah*. SNI ini diterapkan untuk teknik pengambilan contoh air limbah sebagaimana yang tercantum di dalam Keputusan Menteri tersebut.

Metode ini merupakan hasil kaji ulang dari SNI 06-2421-1991, *Metode pengambilan contoh uji kualitas air*. SNI tersebut telah disepakati untuk dipecah menjadi 3 SNI baru yaitu untuk metode pengambilan contoh air permukaan, air tanah dan air limbah yang merupakan bagian dari seri SNI Air dan air limbah. SNI ini telah dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, Panitia Teknis *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 14 Desember 2005 di Serpong, Tangerang – Banten. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 29 Maret – 28 Mei 2006. Dengan ditetapkannya SNI ini, maka penerapan SNI 06-2421-1991 dinyatakan tidak berlaku lagi.

Air dan air limbah – Bagian 59: Metoda pengambilan contoh air limbah

1 Ruang lingkup

Metoda ini digunakan untuk pengambilan contoh air guna keperluan pengujian sifat fisika dan kimia air limbah.

2 Acuan normatif

SNI 06-6989.1-2004, *Air dan air limbah – Bagian 1: Cara uji daya hantar listrik (DHL)*.

SNI 06-6989.11-2004, *Air dan air limbah – Bagian 11: Cara uji derajat keasaman (pH) dengan menggunakan pH meter*.

SNI 06-6989.14-2004, *Air dan air limbah – Bagian 12: Cara uji oksigen terlarut secara yodometri (modifikasi azida)*.

SNI 06-6989.23-2005, *Air dan air limbah – Bagian 23: Cara uji suhu dengan termometer*.

SNI 06-2420-1991, *Metode pengujian kelindian dalam air dengan titrimetrik*.

SNI 06-2422-1991, *Metode pengujian keasaman dalam air dengan titrimetrik*.

3 Istilah dan definisi

3.1

air limbah

sisa dari suatu hasil usaha dan atau kegiatan yang berwujud cair

3.2

kualitas air limbah

sifat-sifat air limbah yang ditunjukkan dengan besaran, nilai atau kadar bahan pencemar atau komponen lain yang terkandung didalamnya

3.3

contoh sesaat (*grab sample*)

air limbah yang diambil sesaat pada satu lokasi tertentu

3.4

contoh gabungan waktu

campuran contoh yang diambil dari satu titik pada waktu yang berbeda, dengan volume yang sama

3.5

contoh gabungan tempat

campuran contoh yang diambil dari titik yang berbeda pada waktu yang sama, dengan volume yang sama

3.6

contoh gabungan waktu dan tempat

campuran contoh yang diambil dari beberapa titik dalam satu lokasi pada waktu yang berbeda, dengan volume yang sama

3.7

contoh duplikat

contoh yang diambil dari titik pengambilan yang sama dengan rentang waktu antar pengambilan yang sekecil mungkin, duplikat contoh digunakan untuk menguji ketelitian tata kerja pengambilan contoh

3.8

contoh yang diperkaya (*spike sample*)

contoh yang ditambah dengan standar yang bersertifikat dalam jumlah tertentu untuk keperluan pengendalian mutu

3.9

contoh yang terbelah (*split sample*)

contoh dikumpulkan dalam satu wadah, dihomogenkan dan dibagi menjadi dua atau lebih sub contoh dan diperlakukan seperti contoh, selanjutnya dikirim ke beberapa laboratorium yang berbeda

3.10

blanko matrik

media bebas analit yang mempunyai matrik hampir sama dengan contoh yang akan diambil

3.11

blanko media

media yang digunakan untuk mendeteksi adanya kontaminasi pada media yang digunakan dalam pengambilan contoh

3.12

blanko perjalanan

media yang digunakan untuk mengukur kontaminasi yang mungkin terjadi selama pengambilan dan transportasi contoh

3.13

Kebutuhan Oksigen Biologi/KOB (*Biologycal Oxcygen Demand, BOD*)

kebutuhan oksigen biokimiawi bagi proses deoksigenasi dalam suatu perairan atau air limbah

3.14

Kebutuhan Oksigen Kimiawi/KOK (*Chemical Oxcygen Demand COD*)

kebutuhan oksigen kimiawi bagi proses deoksigenasi dalam suatu perairan atau air limbah

3.15

nutrien

senyawa yang dibutuhkan oleh organisme yang meliputi fosfat, nitrogen, nitrit, nitrat dan amonia

3.16

titik pengambilan contoh air limbah

tempat pengambilan contoh yang mewakili kualitas air limbah

3.17

bak equalisasi

bak penampungan air limbah yang bertujuan untuk menghomogenkan beban dan pengaturan aliran air limbah

4 Peralatan

4.1 Alat pengambil contoh

4.1.1 Persyaratan alat pengambil contoh

Alat pengambil contoh harus memenuhi persyaratan sebagai berikut:

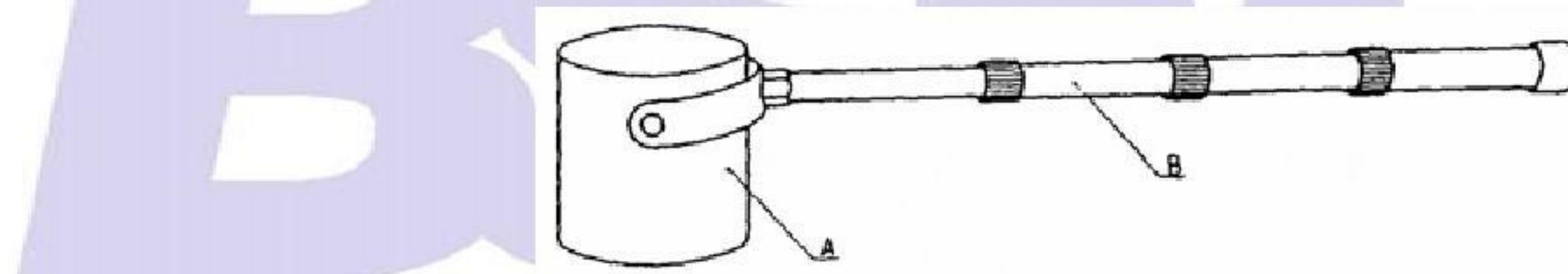
- terbuat dari bahan yang tidak mempengaruhi sifat contoh;
- mudah dicuci dari bekas contoh sebelumnya;
- contoh mudah dipindahkan ke dalam botol penampung tanpa ada sisa bahan tersuspensi di dalamnya;
- mudah dan aman di bawa;
- kapasitas alat tergantung dari tujuan pengujian.

4.1.2 Jenis alat pengambil contoh

- Alat pengambil contoh sederhana

Alat pengambil contoh sederhana dapat berupa ember plastik yang dilengkapi dengan tali atau gayung plastik yang bertangkai panjang.

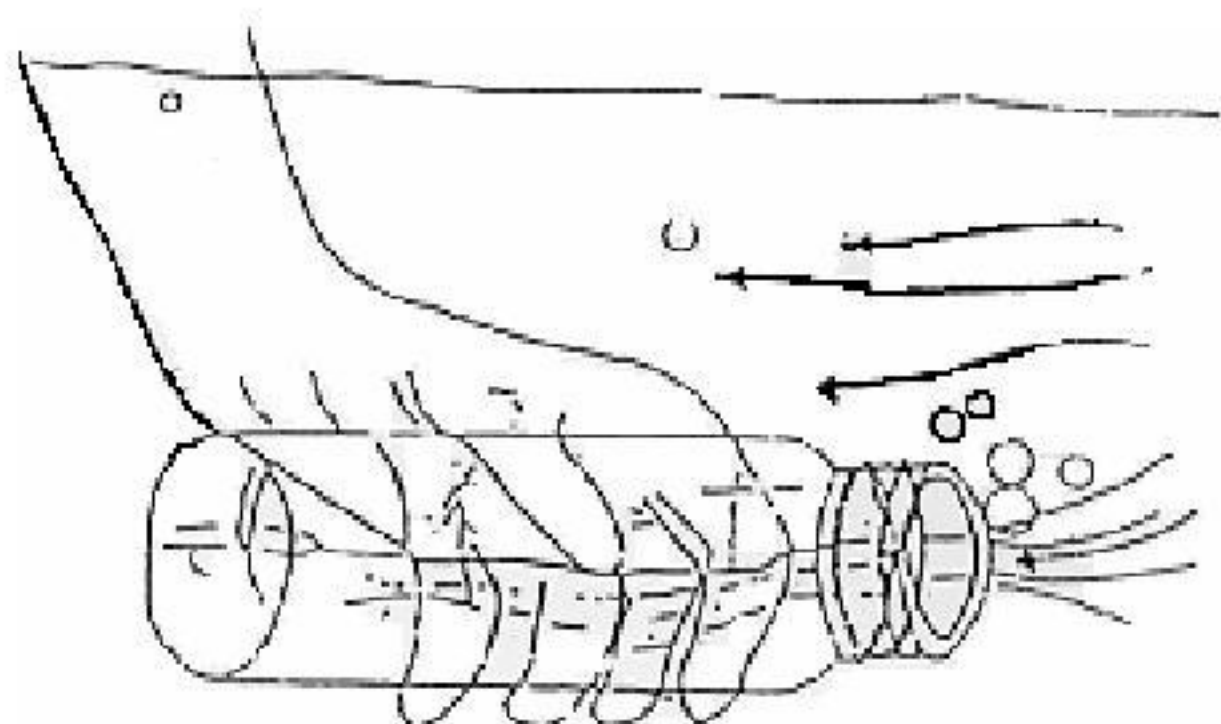
CATATAN Dalam praktiknya, alat sederhana ini paling sering digunakan dan dipakai untuk mengambil air permukaan atau air sungai kecil yang relatif dangkal.



Keterangan gambar:

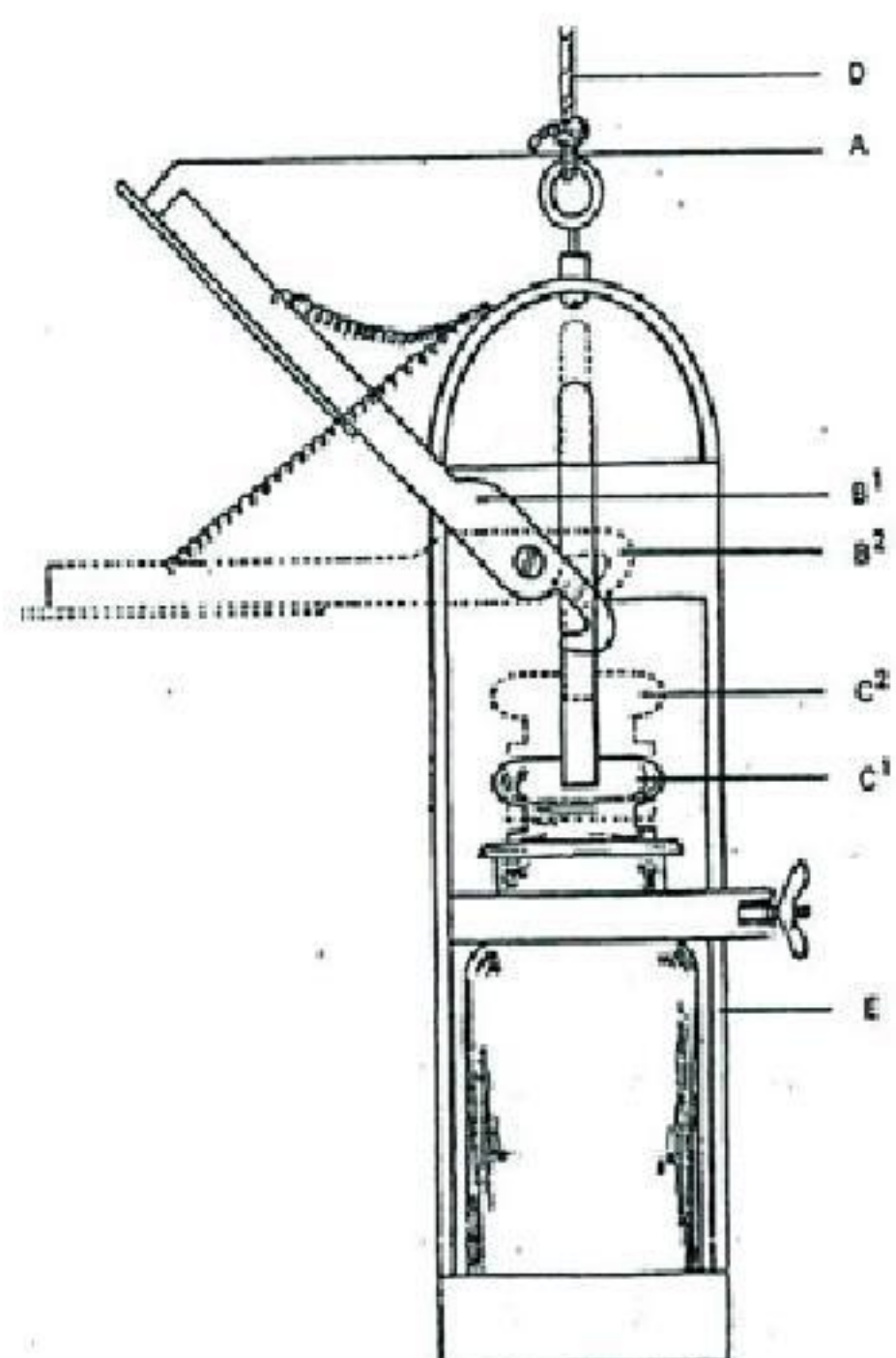
- A adalah pengambil contoh terbuat dari polietilen
B adalah *handle* (tipe teleskopi yang terbuat dari aluminium atau stanlestit)

Gambar 1 Contoh alat pengambil contoh gayung bertangkai panjang



Gambar 2 Contoh botol biasa secara langsung

- b) botol biasa yang diberi pemberat yang digunakan pada kedalaman tertentu.



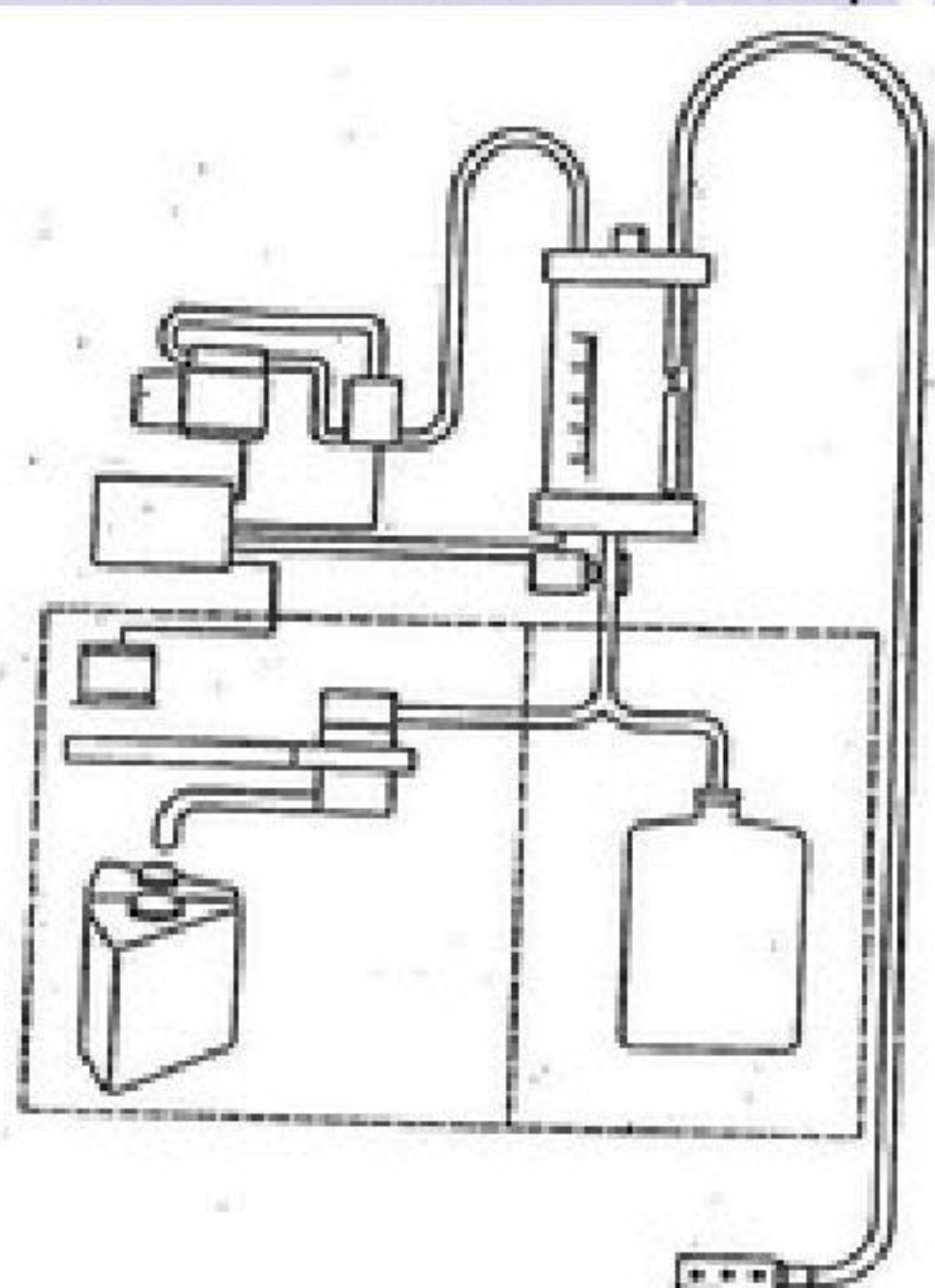
Keterangan gambar:

- A adalah pengait
- B¹ adalah tuas posisi tertutup
- B² adalah tuas posisi terbuka
- C¹ adalah tutup gelas botol contoh posisi tertutup
- C² adalah tutup gelas botol contoh posisi terbuka
- D adalah tali penggantung
- E adalah rangka metal botol contoh

Gambar 3 Contoh alat pengambil air Bbotol biasa dengan pemberat

4.1.3 Alat pengambil contoh air otomatis

Alat pengambil contoh secara otomatis yang dilengkapi alat pengatur waktu dan volume yang diambil, digunakan untuk contoh gabungan waktu dari air limbah, agar diperoleh kualitas air rata-rata selama periode tertentu. Contoh alat tersebut dapat dilihat pada Gambar 4



Gambar 4 Alat pengambil contoh air otomatis

4.2 Alat pengukur parameter lapangan

Peralatan yang perlu dibawa antara lain:

- a) DO meter atau peralatan untuk metode *Winkler*;
- b) pH meter;
- c) turbidimeter;
- d) konduktimeter;
- e) termometer; dan
- f) 1 set alat pengukur debit.

CATATAN Alat lapangan sebelum digunakan perlu dilakukan kalibrasi.

4.3 Alat pendingin

Alat ini dapat menyimpan contoh pada $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, digunakan untuk menyimpan contoh untuk pengujian sifat fisika dan kimia.

4.4 Alat ekstraksi (corong pemisah)

Corong pemisah terbuat dari bahan gelas atau teflon yang tembus pandang dan mudah memisahkan fase pelarut dari contoh.

4.5 Alat penyaring

Alat ini dilengkapi dengan pompa isap atau pompa tekan serta dapat menahan saringan yang mempunyai ukuran pori $0,45\ \mu\text{m}$.

5 Bahan

Bahan kimia untuk pengawet

Bahan kimia yang digunakan untuk pengawet harus memenuhi persyaratan bahan kimia untuk analisis dan tidak mengganggu atau mengubah kadar zat yang akan di uji (lihat Lampiran B).

6 Wadah contoh

6.1 Persyaratan wadah contoh

Wadah yang digunakan untuk menyimpan contoh harus memenuhi persyaratan sebagai berikut:

- terbuat dari bahan gelas atau plastik poli etilen (PE) atau poli propilen (PP) atau teflon (*Poli Tetra Fluoro Etilen*, PTFE);
- dapat ditutup dengan kuat dan rapat;
- bersih dan bebas kontaminan;
- tidak mudah pecah;
- tidak berinteraksi dengan contoh.

6.2 Persiapan wadah contoh

Lakukan langkah-langkah persiapan wadah contoh, sebagai berikut:

- Untuk menghindari kontaminasi contoh di lapangan, seluruh wadah contoh harus benar-benar dibersihkan di laboratorium sebelum dilakukan pengambilan contoh.
- Wadah yang disiapkan jumlahnya harus selalu dilebihkan dari yang dibutuhkan, untuk jaminan mutu, pengendalian mutu dan cadangan.
- Jenis wadah contoh dan tingkat pembersihan yang diperlukan tergantung dari jenis contoh yang akan diambil, sebagai berikut:

6.2.1 Wadah contoh untuk pengujian senyawa organik yang mudah menguap (*Volatile Organic Compound, VOC*)

Siapkan wadah contoh untuk senyawa organik yang mudah menguap, dengan langkah kerja sebagai berikut:

- a) cuci gelas vial, tutup dan septum dengan deterjen. Bilas dengan air biasa dan kemudian bilas dengan air bebas analit;
- b) bilas dengan metanol berkualitas analisis dan dikeringkan selama 1 jam;
- c) keluarkan vial dan biarkan mendingin dalam posisi terbalik di atas lembaran aluminium foil;
- d) setelah vial dingin, putar tutup dan septum untuk menutup vial tersebut.

CATATAN Untuk mencegah kontaminasi saat pencucian wadah contoh yang akan digunakan untuk analisa organik, harus dihindari penggunaan sarung tangan plastik atau karet dan sikat.

6.2.2 Wadah contoh untuk pengujian senyawa organik yang dapat diekstraksi

Siapkan wadah contoh untuk senyawa organik yang dapat diekstraksi, dengan langkah kerja sebagai berikut:

- a) cuci botol gelas dan tutup dengan deterjen. Bilas dengan air kemudian dengan air bebas analit;
- b) masukkan 10 mL aseton berkualitas analisis ke dalam botol dan rapatkan tutupnya, kemudian kocok botol dengan baik agar aseton tersebar merata dipermukaan dalam botol serta mengenai *lining* teflon dalam tutup.
- c) buka tutup botol dan buang aseton dan biarkan botol mengering dan kemudian kencangkan tutup botol agar tidak terjadi kontaminasi baru.

6.2.3 Wadah contoh untuk pengujian logam total dan terlarut

Siapkan wadah contoh untuk pengujian logam total dan terlarut, dengan langkah kerja sebagai berikut:

- a) cuci botol gelas atau plastik dan tutupnya dengan deterjen kemudian bilas dengan air bersih.
- b) bilas dengan asam nitrat (HNO_3) 1:1, kemudian bilas lagi dengan air bebas analit sebanyak 3 kali dan biarkan mengering, setelah kering tutup botol dengan rapat.

6.2.4 Wadah contoh untuk pengujian KOB, KOK dan nutrisi

Siapkan wadah contoh untuk pengujian KOB, KOK dan nutrisi, dengan langkah kerja sebagai berikut:

- a) cuci botol dan tutup dengan deterjen bebas fosfat kemudian bilas dengan air bersih;
- b) cuci botol dengan asam klorida (HCl) 1:1 dan bilas lagi dengan air bebas analit sebanyak 3 kali dan biarkan mengering, setelah kering tutup botol dengan rapat.

6.2.5 Wadah contoh untuk anorganik non-logam

Siapkan wadah contoh untuk pengujian anorganik non-logam, dengan langkah kerja sebagai berikut:

- a) cuci botol dan tutup dengan deterjen, bilas dengan air bersih kemudian bilas dengan air bebas analit sebanyak 3 kali dan biarkan hingga mengering;
- b) setelah kering tutup botol dengan rapat.

6.3 Pencucian wadah contoh

Lakukan pencucian wadah contoh sebagai berikut:

- Peralatan harus dicuci dengan deterjen dan disikat untuk menghilangkan partikel yang menempel di permukaan;
- Bilas peralatan dengan air bersih hingga seluruh deterjen hilang;
- Bila peralatannya terbuat dari bahan non logam, maka cuci dengan asam HNO_3 1:1, kemudian dibilas dengan air bebas analit;
- Biarkan peralatan mengering di udara terbuka;
- Peralatan yang telah dibersihkan diberi label bersih-siap untuk pengambilan contoh.

6.4 Volume contoh

Volume contoh yang diambil untuk keperluan pengujian di lapangan dan laboratorium bergantung dari jenis pengujian yang diperlukan (lihat Lampiran B).

7 Tipe contoh

Beberapa tipe contoh air limbah:

- contoh sesaat (*grab sample*);
- contoh gabungan waktu (*composite samples*);
- contoh gabungan tempat (*integrated samples*);
- contoh gabungan waktu dan tempat.

8 Lokasi dan titik pengambilan contoh

8.1 Pemilihan lokasi pengambilan contoh

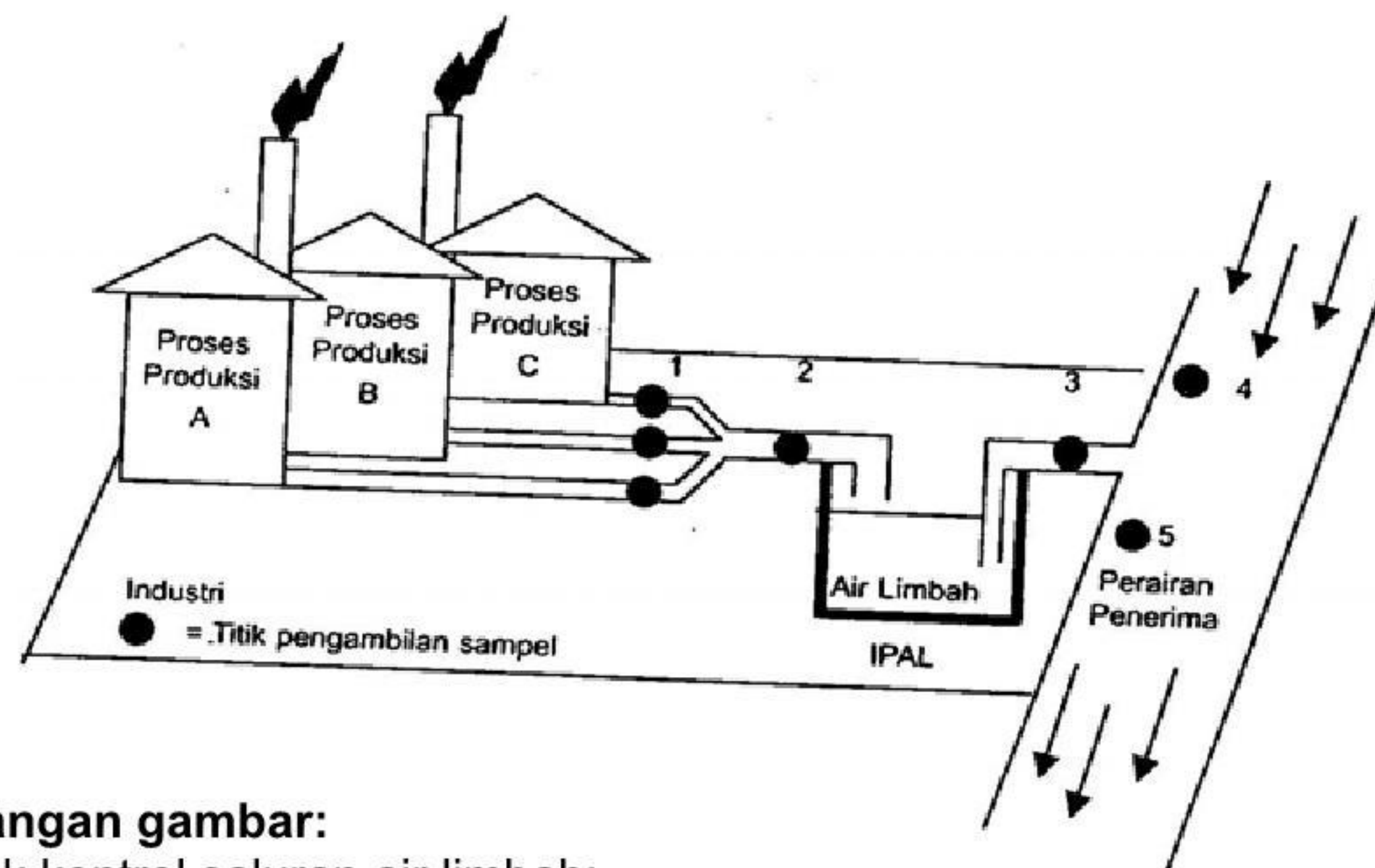
- Lokasi pengambilan contoh air limbah industri harus mempertimbangkan ada atau tidak adanya Instalasi Pengolahan Air Limbah (IPAL).
- Contoh harus diambil pada lokasi yang telah mengalami pencampuran secara sempurna.

8.2 Penentuan lokasi pengambilan contoh

Lokasi pengambilan contoh dilakukan berdasarkan pada tujuan pengujian, sebagai berikut:

8.2.1 Untuk keperluan evaluasi efisiensi Instalasi Pengolahan Air Limbah (IPAL)

- Contoh diambil pada lokasi sebelum dan setelah IPAL dengan memperhatikan waktu tinggal (waktu retensi).



Keterangan gambar:

- 1) Bak kontrol saluran air limbah;
- 2) Inlet IPAL;
- 3) Outlet IPAL;
- 4) Perairan penerima sebelum air limbah masuk ke badan air;
- 5) Perairan penerima setelah air limbah masuk badan air.

Gambar 5 Contoh lokasi pengambilan contoh sebelum dan setelah IPAL

b) Titik lokasi pengambilan contoh pada inlet (titik 2, Gambar 5)

- 1) Dilakukan pada titik pada aliran bertubulensi tinggi agar terjadi pencampuran dengan baik, yaitu pada titik dimana limbah mengalir pada akhir proses produksi menuju ke IPAL.
- 2) Apabila tempat tidak memungkinkan untuk pengambilan contoh maka dapat ditentukan lokasi lain yang dapat mewakili karakteristik air limbah.

c) Titik lokasi pengambilan contoh pada outlet (titik 3, Gambar 5)

Pengambilan contoh pada *outlet* dilakukan pada lokasi setelah IPAL atau titik dimana air limbah yang mengalir sebelum memasuki badan air penerima (sungai).

8.2.2 Untuk keperluan pengendalian pencemaran air

Untuk keperluan pengendalian pencemaran air, contoh diambil pada 3 (tiga) lokasi:

- a) Pada perairan penerima sebelum tercampur limbah (*upstream*) (titik 4, Gambar 5).
- b) Pada saluran pembuangan air limbah sebelum ke perairan penerima (titik 3, Gambar 5).
- c) Pada perairan penerima setelah bercampur dengan air limbah (*downstream*), namun belum tercampur atau menerima limbah cair lainnya (titik 5, Gambar 5).

8.3 Untuk industri yang belum memiliki IPAL

8.3.1 Air limbah industri dengan proses kontinyu berasal dari satu saluran pembuangan

8.3.1.1 Jika tidak terdapat bak ekualisasi

- a) Kualitas air limbah tidak berfluktuasi, maka pengambilan contoh dilakukan pada saluran sebelum masuk ke perairan penerima air limbah, dengan cara sesaat (*grab sampling*).
- b) Kualitas air limbah berfluktuasi akibat proses produksi, maka pengambilan contoh dilakukan pada saluran sebelum masuk ke perairan penerima air limbah, dengan cara komposit waktu.

8.3.1.2 Jika terdapat bak ekualisasi

Pengambilan contoh dilakukan pada saluran sebelum masuk ke perairan penerima air limbah, dengan cara sesaat (*grab sampling*).

8.3.2 Air limbah industri dengan proses *batch* berasal dari satu saluran pembuangan

8.3.2.1 Jika tidak terdapat bak equalisasi

Kualitas air limbah berfluktuasi akibat proses produksi, maka pengambilan contoh dilakukan pada saluran sebelum masuk ke perairan penerima air limbah, dengan cara komposit waktu dan proporsional pada saat pembuangan dilakukan.

8.3.2.2 Jika terdapat bak equalisasi

Pengambilan contoh dilakukan pada saluran sebelum masuk ke perairan penerima air limbah, dengan cara sesaat (*grab sampling*).

8.3.3 Air limbah industri dengan proses kontinyu berasal dari beberapa saluran pembuangan

8.3.3.1 Jika tidak terdapat bak equalisasi

- a) Kualitas air limbah tidak berfluktuasi dan semua saluran pembuangan limbah dari beberapa sumber sebelum masuk perairan penerima limbah disatukan, maka pengambilan contoh dilakukan pada saluran sebelum masuk ke perairan penerima air limbah, dengan cara sesaat.
- b) Kualitas air limbah tidak berfluktuasi dan semua saluran pembuangan limbah dari beberapa sumber sebelum masuk perairan penerima limbah tidak disatukan, maka pengambilan contoh dilakukan pada saluran sebelum masuk ke perairan penerima air limbah, dengan cara komposit tempat dengan mempertimbangkan debit.
- c) Kualitas air limbah berfluktuasi akibat proses produksi dan semua saluran pembuangan limbah dari beberapa sumber sebelum masuk perairan penerima limbah disatukan, maka pengambilan contoh dilakukan pada saluran sebelum masuk ke perairan penerima air limbah, dengan cara komposit waktu.
- d) Kualitas air limbah berfluktuasi akibat proses produksi dan semua saluran pembuangan limbah dari beberapa sumber sebelum masuk perairan penerima limbah tidak disatukan, maka pengambilan contoh dilakukan pada saluran sebelum masuk ke perairan penerima air limbah, dengan cara komposit waktu dan tempat.

8.3.3.2 Jika terdapat bak equalisasi

Kualitas air limbah berfluktuasi atau tidak berfluktuasi akibat proses produksi, semua air limbah dari masing-masing proses disatukan dan dibuang melalui bak equalisasi, maka pengambilan contoh dilakukan pada saluran sebelum masuk ke perairan penerima air limbah, dengan cara sesaat (*grab sampling*).

8.3.4 Air limbah industri dengan proses *batch* berasal dari beberapa saluran pembuangan

8.3.4.1 Jika tidak terdapat bak equalisasi

- Kualitas air limbah berfluktuasi akibat proses produksi dan semua saluran pembuangan limbah dari beberapa sumber sebelum masuk perairan penerima limbah disatukan, maka pengambilan contoh dilakukan pada saluran sebelum masuk ke perairan penerima air limbah, dengan cara komposit waktu.
- Kualitas air limbah berfluktuasi akibat proses produksi dan semua saluran pembuangan limbah dari beberapa sumber sebelum masuk perairan penerima limbah tidak disatukan, maka pengambilan contoh dilakukan pada saluran sebelum masuk ke perairan penerima air limbah, dengan cara komposit waktu dan tempat dengan mempertimbangkan debit.

8.3.4.2 Jika terdapat bak equalisasi

Kualitas air limbah berfluktuasi atau sangat berfluktuasi akibat proses produksi, semua air limbah dari masing-masing proses disatukan dan dibuang melalui bak equalisasi, maka pengambilan contoh dilakukan pada saluran sebelum masuk ke perairan penerima air limbah, dengan cara sesaat (*grab sampling*).

8.4 Untuk industri yang memiliki IPAL

Lakukan pengambilan contoh pada saluran pembuangan air limbah sebelum ke perairan penerima (titik 3, Gambar 1).

9 Cara pengambilan contoh

9.1 Pengambilan contoh untuk pengujian kualitas air

- siapkan alat pengambil contoh sesuai dengan saluran pembuangan;
- bilas alat dengan contoh yang akan diambil, sebanyak 3 (tiga) kali;
- ambil contoh sesuai dengan peruntukan analisis dan campurkan dalam penampung sementara, kemudian homogenkan;
- masukkan ke dalam wadah yang sesuai peruntukan analisis;
- lakukan segera pengujian untuk parameter suhu, kekeruhan dan daya hantar listrik, pH dan oksigen terlarut yang dapat berubah dengan cepat dan tidak dapat diawetkan;
- hasil pengujian parameter lapangan dicatat dalam buku catatan khusus;
- pengambilan contoh untuk parameter pengujian di laboratorium dilakukan pengawetan seperti pada Lampiran B.

CATATAN Untuk contoh yang akan di uji kandungan senyawa organiknya dan logam, hendaknya tidak membilas alat 3 kali dengan contoh air, tetapi digunakan wadah yang bersih dan siap pakai.

9.2 Pengambilan contoh untuk pengujian oksigen terlarut

Pengambilan contoh dapat dilakukan dengan dua cara, yaitu:

9.2.1 Cara langsung

- Gunakan alat DO meter.
- Cara pengoperasian alat, lihat petunjuk kerja alat.
- Nilai oksigen terlarut dapat langsung terbaca.

9.2.2 Cara tidak langsung

9.2.2.1 Cara umum

Pengukuran oksigen terlarut dilakukan dengan cara titrasi, sebagai berikut:

- siapkan botol KOB yang bersih dengan volume yang diketahui serta dilengkapi dengan tutup asah;
- celupkan botol dengan hati-hati ke dalam air dengan posisi mulut botol searah dengan aliran air, sehingga air masuk ke dalam botol dengan tenang, atau dapat pula dengan menggunakan sifon;
- isi botol sampai penuh dan hindarkan terjadinya turbulensi dan gelembung udara selama pengisian, kemudian botol ditutup;
- contoh siap untuk dianalisa.

9.2.2.2 Cara khusus

Tahapan pengambilan contoh dengan cara alat khusus, dilakukan sebagai berikut:

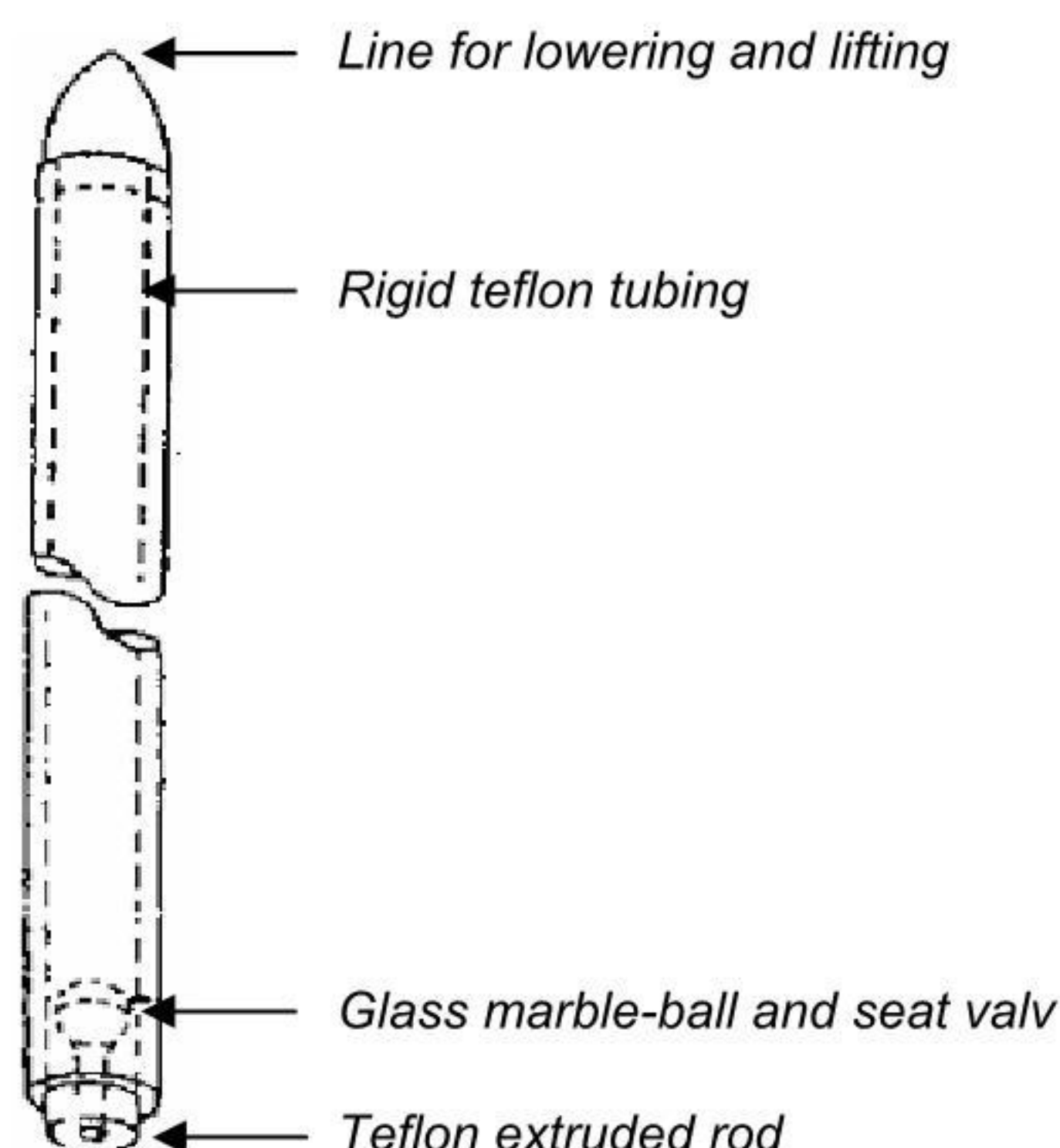
- siapkan botol KOB yang bersih dengan volume yang diketahui serta dilengkapi dengan tutup asah;
- masukkan botol ke dalam alat khusus (lihat Gambar 3);
- ikuti prosedur pemakaian alat tersebut;
- Alat pengambil contoh untuk pengujian oksigen terlarut ini dapat ditutup segera setelah terisi penuh.

9.3 Pengambilan contoh untuk pengujian senyawa organik mudah menguap (*Volatile Organic Compound, VOC*)

Tahapan pengambilan contoh untuk pengujian senyawa VOC, dilakukan sebagai berikut:

- selama melakukan pengambilan contoh untuk pengujian senyawa VOC, sarung tangan lateks harus terus dipakai, sarung tangan plastik atau sintetis tidak boleh digunakan;
- saat mengambil contoh untuk analisa VOC, contoh tidak boleh terkocok untuk menghindari aerasi, aerasi contoh akan menyebabkan hilangnya senyawa volatil dari dalam contoh;
- bila menggunakan alat bailer (Gambar 5)
 - jangan menyentuh bagian dalam septa, buka vial VOC 40 mL dan masukkan contoh secara perlahan ke dalam vial hingga terbentuk *convex meniscus* di puncak vial;
 - tutup vial secara hati-hati dan tidak boleh ada udara dalam vial;
 - balikkan vial dan tahan;
 - bila terlihat gelembung dalam vial, contoh harus diganti dan ambil contoh yang baru.

CATATAN Contoh VOC biasanya dibuat dalam dua atau tiga buah contoh, tergantung kebutuhan laboratorium; ulangi pengambilan contoh bila diperlukan.



Gambar 5 Alat pengambil contoh untuk parameter VOC tipe Bailer

- d) seluruh vial diberi label yang jelas, bila menggunakan vial bening bungkus dengan aluminium foil dan simpan dalam tempat pendingin;
- e) bila air limbah mengandung residual klorin tambahkan 80 mg Na_2SO_3 ke dalam 1 L contoh;
- f) contoh VOC karena sifatnya yang volatil, maka pengambilan contoh dilakukan secara sesaat (*grab* contoh), bukan komposit.

9.4 Pengambilan contoh untuk pengujian senyawa aromatik dan akrolein dan akrilonitril

Tahapan pengambilan contoh untuk pengujian senyawa aromatik dan akrolein dan akrilonitril, dilakukan sebagai berikut:

- a) lakukan pengambilan contoh seperti pada butir 8.3 untuk pengujian senyawa aromatik, tetapi vialnya hanya diisi setengah dan sisanya ditambahkan dengan asam dalam jumlah yang diperlukan;
- b) untuk pengujian senyawa akrolein dan akrilonitril contoh diatur hingga pH 4 - 5.
- c) contoh akrolein dan akrilonitril harus dianalisa dalam waktu 3 hari setelah pengambilan contoh.

9.5 Pengambilan contoh untuk pengujian senyawa organik yang dapat diekstraksi

Tahapan pengambilan contoh untuk pengujian senyawa organik yang dapat diekstraksi, dilakukan sebagai berikut:

- a) ambil contoh dengan menggunakan *bailer*;
- d) buka tutup botol gelas 1000 mL secara hati-hati agar tidak menyentuh bagian dalam dari tutup;
- e) isi botol hingga 1 cm dari puncak botol;
- f) bila satu *bailer* tidak cukup untuk mengisi botol, tutup botol untuk menghindari kontaminasi contoh dan ambil lagi contoh, dan lanjutkan pengisian botol;
- g) bila contoh memerlukan analisa pestisida, pH contoh harus diatur antara pH 5 - 9 dengan menggunakan H_2SO_4 atau NaOH .

9.6 Pengambilan contoh untuk pengujian total logam dan terlarut

Tahapan pengambilan contoh untuk pengujian total logam dan terlarut, dilakukan sebagai berikut:

- a) bilas botol contoh dan tutupnya dengan contoh yang akan dianalisa;
- b) buang air pembilas dan isi botol dengan sampel hingga beberapa cm di bawah puncak botol agar masih tersedia ruang untuk menambahkan pengawet dan melakukan pengocokan.

CATATAN Pengambilan contoh untuk pengujian logam terlarut, lakukan penyaringan contoh.

10 Pengujian parameter lapangan

Pengujian parameter lapangan yang dapat berubah dengan cepat, dilakukan langsung setelah pengambilan contoh. Parameter tersebut antara lain; pH (SNI 06-6989.11-2004), suhu (SNI 06-6989.23-2005), daya hantar listrik (SNI 06-6989.1-2004), alkalinitas (SNI 06-2420-1991), asiditas (SNI 06-2422-1991) dan oksigen terlarut (SNI 06-6989.14-2004).

11 Penyaringan contoh

Bila analisis tidak dapat segera dilakukan, maka perlu dilakukan penyaringan di lapangan untuk pemeriksaan parameter yang terlarut. Cara penyaringan dapat dilakukan sebagai berikut:

- a) contoh yang akan disaring diambil sesuai kebutuhannya;
- b) masukkan contoh tersebut ke dalam alat penyaring yang telah dilengkapi saringan yang mempunyai ukuran pori 0,45 μm dan saring sampai selesai;
- c) air saringan ditampung dalam wadah yang telah disiapkan sesuai kebutuhannya.

12 Pengawetan contoh

Pengawetan contoh dilakukan apabila pemeriksaan tidak dapat langsung dilakukan setelah pengambilan contoh (lihat Lampiran B).

13 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

13.1 Jaminan mutu

- a) Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- b) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- c) Dikerjakan oleh petugas pengambil contoh yang kompeten.

13.2 Pengendalian mutu

Untuk menjamin kelayakan pengambilan contoh maka kemampuan melacak seluruh kejadian selama pelaksanaan pengambilan contoh harus dijamin.

Kontrol akurasi dapat dilakukan dengan beberapa cara berikut ini:

13.2.1 Contoh split

- a) Contoh terbelah diambil dari satu titik dan dimasukkan ke dalam wadah yang sesuai.
- b) Contoh dicampur sehomogen mungkin serta dipisahkan ke dalam dua wadah yang telah disiapkan.
- c) Kedua contoh tersebut diawetkan dan mendapatkan perlakuan yang sama selama perjalanan dan preparasi serta analisa laboratorium.

13.2.2 Contoh duplikat

- a) Contoh diambil dari titik yang sama pada waktu yang hampir bersamaan.
- b) Bila contoh kurang dari lima, contoh duplikat tidak diperlukan.
- c) Bila contoh diambil 5 contoh sampai dengan 10 contoh, satu contoh duplikat harus diambil.
- d) Bila contoh diambil lebih dari 10 contoh, contoh duplikat adalah 10% per kelompok parameter matrik yang diambil.

13.2.3 Contoh blanko

- a) Blanko media
 - 1) Digunakan untuk medeteksi kontaminasi pada media yang digunakan dalam pengambilan contoh (peralatan pengambilan atau wadah).
 - 2) Peralatan pengambilan, sedikitnya satu blanko peralatan harus tersedia untuk setiap dua puluh) contoh per kelompok parameter untuk matrik yang sama.
 - 3) Wadah, salah satu wadah yang akan digunakan diambil secara acak kemudian diisi dengan media bebas analit dan dibawa ke lokasi pengambilan contoh. Blanko tersebut kemudian dibawa ke laboratorium untuk dianalisis.
- b) Blanko perjalanan
 - 1) Blanko digunakan apabila contoh yang diambil bersifat mudah menguap.
 - 2) Sekurang-kurangnya satu blanko perjalanan disiapkan untuk setiap jenis contoh yang mudah menguap.
 - 3) Berupa media bebas analit yang disiapkan di laboratorium.
 - 4) Blanko dibawa ke lokasi pengambilan, ditutup selama pengambilan contoh dan dibawa kembali ke laboratorium.

Lampiran A

(normatif)

Pelaporan

Catat pada lembar data jaminan mutu untuk setiap parameter yang diukur dan contoh yang diambil, lembar data parameter yang diukur di lapangan harus memiliki informasi sekurang-kurangnya sebagai berikut:

- a) Identifikasi contoh.
- b) Tanggal.
- c) Waktu.
- d) Nama Petugas Pengambil Contoh (PPC).
- e) Nilai parameter yang diukur di lapangan.
- f) Analisa yang diperlukan.
- g) Jenis contoh (misalnya contoh, contoh split, duplikat atau blanko).
- h) Komentar dan pengamatan.



Lampiran B

(normatif)

Tabel cara pengawetan dan penyimpanan contoh air limbah**Tabel B.1 Cara pengawetan dan penyimpanan contoh air limbah**

No	Parameter	Wadah penyimpanan	Minimum jumlah contoh yang diperlukan (mL)	Pengawetan	Lama penyimpanan maksimum yang dianjurkan	Lama penyimpanan maksimum menurut EPA
1	Asiditas	P,G (B)	100	Pendinginan	24 jam	14 hari
2	Alkalinitas	P,G	200	Pendinginan	24 jam	14 hari
3	BOD	P,G	1000	Pendinginan	6 jam	2 hari
4	Boron	P	100	Tambahkan HNO_3 sampai $\text{pH} < 2$, didinginkan	28 hari	6 bulan
5	Total Organik Karbon	G	100	Pendinginan dan ditambahkan HCl sampai $\text{pH} < 2$	7 hari	28 hari
6	Karbon dioksida	P,G	100	Langsung dianalisa	-	-
8	COD	P,G	100	Analisa secepatnya atau Tambahkan H_2SO_4 sampai $\text{pH} < 2$, didinginkan	7 hari	28 hari
9	Minyak dan Lemak	G, Bermulut Lebar dan dikalibrasi	1000	Tambahkan H_2SO_4 sampai $\text{pH} < 2$, didinginkan	28 hari	28 hari
10	Bromida	P,G	-	Tanpa diawetkan	28 hari	28 hari
11	Sisa Klor	P,G	500	Segera dianalisa	0,5 jam	0,5 jam
12	Klorofil	P,G	500	Ditempat gelap	30 hari	30 hari
13	Total Sianida	P,G	500	Ditambahkan NaOH sampai $\text{pH} > 12$, dinginkan ditempat gelap	24 jam	14 hari (24 jam jika terdapat sulfida di dalam contoh)
14	Fluorida	P	300	Tanpa diawet	28 hari	28 hari
	Iodin	P,G	500	Segera dianalisa	0,5 jam	0,5 jam

Tabel B.1 (lanjutan)

No	Parameter	Wadah penyimpanan	Minimum jumlah contoh yang diperlukan (mL)	Pengawetan	Lama penyimpanan maksimum yang dianjurkan	Lama penyimpanan maksimum menurut EPA
15	Logam (secara umum)	P (A), G (A)	-	Untuk logam-logam terlarut contoh air segera disaring, tambahkan HNO ₃ sampai pH < 2 Dinginkan	6 bulan	6 bulan
	Kromium VI	P (A), G (A)	300	tambahkan HNO ₃ sampai pH < 2 dinginkan	24 jam	1 hari
	Air Raksa	P (A), G (A)	500		28 hari	28 hari
16	Amonia-Nitrogen	P, G	500	Analisa secepatnya atau Tambahkan H ₂ SO ₄ sampai pH < 2, didinginkan	7 hari	28 hari
17	Nitrat-Nitrogen	P, G	100	Analisa secepatnya atau didinginkan	48 jam	2 hari (28 hari jika contoh air diklorinasi)
18	Nitrat+Nitrit	P, G	200	Tambahkan H ₂ SO ₄ sampai pH < 2, didinginkan	-	28 hari
19	Nitrogen Organik, Kjeldahl	P, G	500	Dinginkan; Tambahkan H ₂ SO ₄ sampai pH < 2,	7 hari	28 hari
20	Nitrit-Nitrogen	P, G	100	Analisa secepatnya atau dinginkan	-	2 hari
21	Phenol	P, G	500	Dinginkan; Tambahkan H ₂ SO ₄ sampai pH < 2,	-	28 hari
22	Oksigen Terlarut	G Botol BOD	300	Langsung dianalisa	-	0,25 jam
	Dengan Elektroda			Titration dapat ditunda setelah contoh diasamkan	8 jam	8 jam
	Metoda Winkler					
23	Ozon	G	1000	Segera dianalisa	0,5 jam	0,5 jam
24	pH	P, G	-	Segera dianalisa	2 jam	2 jam

Tabel B.1 (lanjutan)

No	Parameter	Wadah penyimpanan	Minimum jumlah contoh yang diperlukan (mL)	Pengawetan	Lama penyimpanan maksimum yang dianjurkan	Lama penyimpanan maksimum menurut EPA
25	Fosfat	G (A)	100	Untuk fosfat terlarut segera disaring, dinginkan	48 jam	
26	Salinitas	P	-	Dinginkan, jangan dibekukan	-	6 bulan
27	Sulfat	P,G	-	dinginkan	28 hari	28 hari
28	Sulfida	P,G,	100	Dinginkan; tambahkan 4 tetes 2 N seng asetat/100 mL contoh; tambahkan NaOH sampai pH > 9	28 hari	7 hari
29	Pestisida	G (S)	-	Dinginkan; tambahkan 1000 mg asam askorbat per liter contoh jika terdapat khlorin	7 hari	7 hari untuk ekstraksi; 40 hari setelah diekstraksi
30	VOC	G, Teflon line cap	40	Dinginkan pada suhu $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, 0,008% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ disesuaikan	14 hari	
31	Senyawa aromatik dan akrolin dan akrilonitril	G	1000	Dinginkan pada suhu $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$	3 hari	24 jam

Keterangan:

Didinginkan pada suhu $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$

P : plastik (polietilen atau sejenisnya)

G(A) : gelas dicuci dengan 1 + 1 HNO_3 P(A) : plastik dicuci dengan 1 + 1 HNO_3

G(S) : gelas dicuci dengan pelarut organik

Bibliografi

JIS K 0094. 1994, *Sampling water and wastewater*.

Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater 20 th Edition (1998), 1060, *Collection and Preservation*, editor L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, APHA, AWWA and WPCF , Washington DC.

Csuros, M. *Environmental Sampling and Analysis for Technicians*, Lewis Publishers, L835, ISBN 0-87371-835-6.

Anwar Hadi, *Prinsip Pengambilan Sampel Lingkungan*, 2005, Jakarta.













BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id